

⑫ **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑬ Anmeldenummer: 85108681.1

⑭ Int. Cl.⁴: **C 09 C 1/30**
G 02 B 6/00

⑮ Anmeldetag: 11.07.85

⑯ Priorität: 07.08.84 DE 3429051

⑰ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
26.02.86 Patentblatt 86/9

⑱ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

⑲ Anmelder: Degussa Aktiengesellschaft
Weissfrauenstrasse 9
D-6000 Frankfurt am Main 1(DE)

⑳ Erfinder: Ginter, Herbert, Dr.
4332 Carlyle Way App. 338
Mobile, Al. 36609(US)

㉑ Erfinder: Klingel, Reinhard, Dr.
Taunusstrasse 6
D-8755 Wasserlos(DE)

㉒ Erfinder: Manner, Reinhard, Dr.
Bonhoeferstrasse 17
D-6457 Maintal 1(DE)

㉓ Verfahren zum Verdichten von pulverförmigen Stoffen.

㉔ Der pulverförmige Stoff, wie z.B. pyrogen hergestelltes Siliziumdioxid, wird unter Anwendung von Fliehkraft in einer Zentrifuge gegebenenfalls vorverdichtet. Anschließend werden die Zentrifugengefäße mittels eines freifliegenden Kolbens verschlossen. Unter Anwendung der Fliehkraft wird über den freifliegenden Kolben ein zusätzlicher Druck auf den zu verdichtenden pulverförmigen Stoff ausgeübt.

01 84 171 FH

- 2 -

05 Degussa Aktiengesellschaft
 6000 Frankfurt am Main 1

10 Verfahren zum Verdichten von pulverförmigen Stoffen

 Zur Herstellung von Glasfasern für Lichtleitkabel werden
 Preßlinge aus pyrogen hergestelltem Siliciumdioxidpulver
15 benötigt.

 Diese Preßlinge müssen, um den gestellten hohen Anforderun-
 gen gerecht zu werden, die hohe Reinheit des pyrogen herge-
 stellten Siliciumdioxides und eine hohe Verdichtung aufwei-
20 sen. Die Verdichtung soll gleichmässig sein, wobei der Preß-
 ling eine genügend hohe Porosität aufweisen soll.

 Die bekannten Verfahren haben den Nachteil, daß entweder ein
 Bindemittel zugesetzt werden muß, wodurch die hohe Reinheit
25 des pyrogen hergestellten Siliciumdioxides verloren geht,
 oder aber die gewünschte Verdichtung nicht erreicht wird.

 Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zum Verdichten
 von pulverförmigen Stoffen, welches dadurch gekennzeichnet
30 ist, daß man den pulverförmigen Stoff durch Anwendung von
 Fliehkraft in einer Zentrifuge gegebenenfalls vorverdichtet,
 wobei die Zentrifugengefäße unverschlossen sind, und an-
 schliessend weiterverdichtet, wobei man die Zentrifugen-
 gefäße jeweils mittels eines freifliegenden Kolbens, der auf-
35

grund der Fliehkraft zusätzlichen Druck auf den zu verdich-
05 tenden Stoff ausübt, verschließt.

In einer besonderen Ausführungsform kann als pulverförmiger
Stoff pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid eingesetzt werden.

- 10 Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht eine hohe Verdich-
tung des pulverförmigen Stoffes ohne die Verwendung von zu-
sätzlichen Bindemitteln. Der pulverförmige Stoff, wie z.B.
pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid, behält dadurch seine
hohe Reinheit. Die erhaltenen Preßlinge weisen aufgrund des
15 verwendeten Zentrifugengefäßes eine definierte Form auf,
die dem speziellen Verwendungszweck angepaßt sein kann. Die
Gestaltung der äusseren Form des Preßlings kann durch die
entsprechende Gestaltung der inneren Form des Zentrifugen-
gefäßes geprägt werden. Zum Beispiel kann der Pressling
20 eine zylindrische Form mit einem Verhältnis von Länge zu
Durchmesser von 5 aufweisen.

Das erfindungsgemäße Verfahren stellt eine extrem schonende
Verdichtung her. Durch die homogene Preßkraftverteilung wird
25 eine gleichmässige Verdichtung in den Presslingen erzielt.

Die konsistenten Presslinge weisen eine ausreichend poröse
Struktur auf, wobei sie ein Litergewicht von mindestens 300 g
aufweisen.

30

Aufgrund des erfindungsgemäßen Verfahrens kann die in dem
pulverförmigen Stoff Luft ungehindert entweichen, sodaß die
Presslinge keine Lufteinschlüsse aufweisen.

35

Die b i nach bekannten V rfahren hergestellt n Presslinge auf-
05 tretenden Spannungsrisse treten bei den erfindungsgemäßen
Presslingen nicht auf.

Bei der Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens ist
der Einsatz von Filtermedien nicht notwendig. Die damit ver-
10 bundenen mechanischen Schwierigkeiten entfallen daher.

Die mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Preßlinge
aus z.B. pyrogen hergestelltem Siliciumdioxid können vorteil-
haft bei der Herstellung von Glasfasern für z.B. Lichtleit-
15 kabel verwendet werden.

Beispiel

Ein pyrogen hergestelltes Siliciumdioxid mit einer spez. Ober-
fläche von 50 g/m² (Handelsname AEROSIL OX 50 Degussa) wird
20 in die Becher einer Becherzentrifuge eingefüllt. Die Abmes-
sungen der 4 Glasbecher der Becherzentrifuge betragen im
Innendurchmesser ca. 38 mm und in der Länge ca. 100 mm mit
einem Volumen von 100 cm³. Die erreichbaren max. Schleuder-
25 ziffern betragen bei dieser Zentrifuge 4000.

Die Anfangsdichte dieses Siliziumdioxides beträgt 20 g/l.
Dieses Siliciumdioxid wird unter Zentrifugalkraft verdich-
tet. Dabei wird das Produkt bei einer mittl. Schleuderzif-
fer von ca. 3200 auf eine mittl. Dichte von ca. 200 g/l
30 verdichtet. Die Schleuderdauer beträgt 60 sec.

Dieses so vorverdichtete Produkt wird anschließend mit frei-
fliegenden Kolben aus Stahl ($p = 7,86 \text{ kg/dm}^3$) nachverdichtet.
Die Durchmesser der Kolben betragen 37 mm und ihre Höhe 20 mm.
35

01 84 171 FH

- 5. -

Die Kolben werden in die Bechergläser eingeschoben, bis die
05 Kolben das vorverdichtete Produkt berühren. Dann wird die
Zentrifuge erneut in Betrieb gesetzt, wobei die Kolben nach
aussen wandern und dabei das pyrogen hergestellte Silizium-
dioxid nachverdichten.

10 Dabei ergibt sich rechnerisch bei einem mittl. Radius von
ca. 90 mm und einer Drehzahl der Zentrifuge von 4100 1/min
eine Schleuderziffer für die Verdichterkolben von ca.
1700 und damit ein Verdichtungsdruck von 26,7 bar. Die
Schleuderzeit beträgt zur Erlangung homogener Preßlinge
15 ca. 5 Minuten

Das Siliziumdioxid hat nach der Verdichtung eine mittl. End-
dichte von 500 bis 530 g/l. Es platzt nach der Entnahme der
Kolben nicht auf, sondern bleibt ein homogener Preßkörper.
20 Durch den relativ breiten Spalt von ca. 0,5 mm zwischen Ver-
dichterkolben und Glasbecher ist nur eine geringe Menge pul-
verförmigen Stoffes gedrungen.

Die Abhängigkeit der erreichbaren Enddichte vom Preßdruck
25 des Verdichterkolbens ist in Figur 1 dargestellt.

30

35

01 84 171 FH

05 Degussa Aktiengesellschaft
6000 Frankfurt am Main 1

Verfahren zum Verdichten von pulverförmigen Stoffen

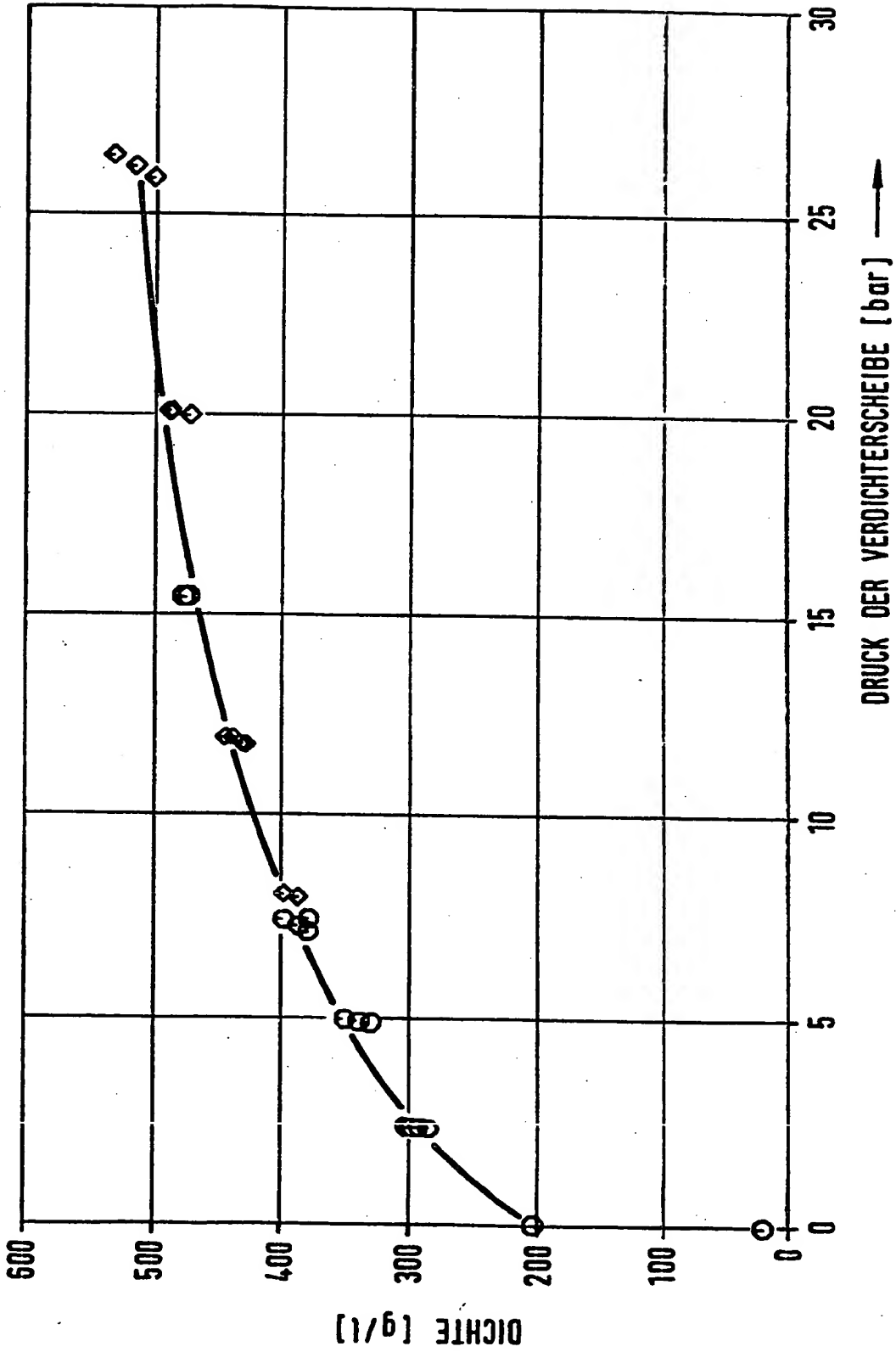
10

Patentansprüche

1. Verfahren zum Verdichten von pulverförmigen Stoffen, da-
15 durch gekennzeichnet, daß man den pulverförmigen Stoff
durch die Anwendung von Fliehkraft in einer Zentrifuge
gegebenenfalls vorverdichtet, wobei die Zentrifugenge-
fäße unverschlossen sind, und anschliessend weiterver-
20 dichtet, wobei man die Zentrifugengefäße jeweils mittels
eines freifliegenden Kolbens, der aufgrund der Fliehkraft
zusätzlichen Druck auf den zu verdichtenden Stoff ausübt,
verschließt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß
25 man als pulverförmigen Stoff pyrogen hergestelltes Si-
liciumdioxid einsetzt.
3. Verwendung des nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 und 2
verdichteten pyrogen hergestellten Siliciumdioxides zur
30 Herstellung von Glasfasern für Lichtleitkabel.

-2-

35



THIS PAGE BLANK (USPTO)